

## MicroPatent® Worldwide PatSearch: Record 3 of 3

[no drawing available]



JP09025126

FINE PARTICLE MULTIPLE OXIDE BLACK PIGMENT AND ITS PRODUCTION  
DAINICHISEIKA COLOR & CHEM MFG CO LTD UKIMA CHEM & COLOUR MFG CO LTD  
Inventor(s): ;TAKAGAMO MASANORI ;TERADA HIROMI ;NISHIO AKIRA ;OOTA TAKANORI  
Application No. 07197936 , Filed 19950712 , Published 19970128

### Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To increase specific surface area and to improve blackness, coloring ability, sharpness and insulating property by oxidizing a deposited material, which is deposited by neutralizing a copper salt and a manganese salt in an aq. solution with an alkali, in liquid phase during the deposition or after the deposition.

**SOLUTION:** A mixed salt aq. solution such as sulfates, nitrates, carbonates, acetates, in which the molar ratio Cu/Mn is 1/2 and the total of the copper salt and the manganese salt is 5-50wt.%, is prepared. Next, the solution is dropped into a precipitation medium of an alkali aq. solution such as sodium hydroxide so as to become pH7-13 at 20-40-C and 0.05-0.5mol/l in the concn. of the deposited precipitate based on copper as a reference. Next, a pigment 30m<sup>2</sup>/g in BET surface area and having perfect spinel structure is obtained by oxidizing the precipitate by applying H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> or gaseous O<sub>2</sub> of a quantity enough to convert a bivalent metal to a trivalent metal, aging at 70- 100-C, drying at 100-120-C after removing various needless ions by filtration, washing or the like, and firing at 400-650-C for 30min to 1hr under an oxidizing atmosphere.

Int'l Class: C01G04500 C01G04900

MicroPatent Reference Number: 001008537  
COPYRIGHT: (C) 1997 JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-25126

(43) 公開日 平成9年(1997) 1月28日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 1 G 45/00 49/00			C 0 1 G 45/00 49/00	A

審査請求 未請求 請求項の数5 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平7-197936	(71) 出願人	000002820 大日精化工業株式会社 東京都中央区日本橋馬喰町1丁目7番6号
(22) 出願日	平成7年(1995) 7月12日	(71) 出願人	000238256 浮間合成株式会社 東京都中央区日本橋馬喰町1丁目7番6号
		(72) 発明者	高橋 雅則 東京都中央区日本橋馬喰町一丁目7番6号 大日精化工業株式会社内
		(72) 発明者	寺田 裕美 東京都中央区日本橋馬喰町一丁目7番6号 大日精化工業株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 吉田 勝広 (外1名) 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 微粒子複合酸化物ブラック顔料及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 従来の同種顔料よりも一次粒子が小さく、且つ黒度、着色力、鮮映性及び発色性等に優れ、又、絶縁性を示す微粒子複合酸化物ブラック顔料。

【解決手段】 銅塩及びマンガン塩を含む2成分を水中に溶解して混合塩溶液とし、これを水性媒体中でアルカリ剤によって中和して混合析出せしめ、この析出物を析出と同時に又は析出後に液相中で酸化処理し、次いで得られた析出物を、濾過、水洗、乾燥及び焼成することを特徴とする微粒子複合酸化物ブラック顔料の製造方法。

**【特許請求の範囲】**

【請求項1】 銅及びマンガンの酸化物からなるスピネル構造を有し、且つそのBET比表面積が $30\text{ m}^2/\text{g}$ 以上であることを特徴とする微粒子複合酸化物ブラック顔料。

【請求項2】 マンガンの一部が鉄で置換されている請求項1に記載の微粒子複合酸化物ブラック顔料。

【請求項3】 銅塩及びマンガン塩を含む2成分を水中に溶解して混合塩溶液とし、これを水性媒体中でアルカリ剤によって中和して混合析出せしめ、この析出物を析出と同時に又は析出後に液相中で酸化処理し、次いで得られた析出物を、濾過、水洗、乾燥及び焼成することを特徴とする微粒子複合酸化物ブラック顔料の製造方法。

【請求項4】 マンガンの一部が鉄で置換されている請求項3に記載の微粒子複合酸化物ブラック顔料の製造方法。

【請求項5】 焼成温度が $400^\circ\text{C}$ 以上、 $650^\circ\text{C}$ 以下である請求項3に記載の微粒子複合酸化物ブラック顔料の製造方法。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

【産業上の利用分野】 本発明は、微粒子複合酸化物ブラック顔料に関し、従来の同種顔料よりも一次粒子が小さく、且つ黒度、着色力、鮮映性及び発色性に優れ、又、絶縁性を示す微粒子複合酸化物ブラック顔料及びその製造方法に関する。

【0002】 更に詳しくは、顔料を一層微粒子化することにより新たに現れる特性を利用し、例えば、カラーフィルター等のブラックマトリクス用ブラック顔料、ジェットインキ用ブラック顔料、絶縁性の特殊塗料用ブラック顔料、トナー用ブラック顔料、ソーラーコレクター塗料用ブラック顔料、又はカーボンブラックとの調色による青み付け及び絶縁性の付与等の他にも、自動車塗料、薄膜、印刷インキ、セラミックス等にも有用な微粒子複合酸化物ブラック顔料に関する。

**【0003】**

【従来の技術】 従来、複合酸化物ブラック顔料はスピネル型の化合物であり、 $\text{Cu-Cr}$ 系、 $\text{Cu-Cr-Mn}$ 系、 $\text{Cu-Mn}$ 系、 $\text{Cu-Fe-Mn}$ 系等があり、いずれも耐熱性の優れた無機顔料として広く知られ、塗料、建材、合成樹脂の着色、窯業用着色剤等として幅広く使われている。又、これらの複合酸化物ブラック顔料は絶縁性を示すことから、特殊塗料用ブラック顔料としても利用されている。

**【0004】**

【発明が解決しようとしている課題】 近年のカラーフィルター等の薄膜技術の発展により、他色の顔料と共にブラック顔料についても粒子の小さい微粒子顔料が切望されている。しかしながら、現行品の上記複合酸化物ブラック顔料は、主として構成成分の酸化物を混合焼結させ

るいわゆる乾式で合成されており、構成成分の酸化物や炭酸化合物等をフラックスの存在下で所定温度で焼成し、次いで焼結した粒子を強力な粉碎機により粉碎し顔料化する為に、微粒子状の顔料は得られにくいという問題がある。

【0005】 又、一部の顔料は構成成分の塩をアルカリ剤により共沈させる湿式法においても製造されているが、得られる顔料のBET比表面積が $30\text{ m}^2/\text{g}$ 未満であり、切望される様な黒度、着色力、鮮映性等に優れる微粒子複合酸化物ブラック顔料は得られていない。しかしながら、上記複合酸化物ブラック顔料の中で、 $\text{Cu-Cr}$ 系及び $\text{Cu-Cr-Mn}$ 系については、本出願人らによって微粒子化の特許（特公平4-50119号公報）が出願されている。しかしながら、この系統の複合酸化物ブラック顔料は、赤みの黒を示す為に、更に青みの微粒子ブラック顔料が熱望されている。

**【0006】**

【課題を解決する為の手段】 本発明は上述の従来技術の要望に応えるべく鋭意研究の結果、複合酸化物ブラック顔料の中でも青み～緑みのブラックを示す $\text{Cu-Mn}$ 系又は $\text{Cu-Fe-Mn}$ 系の複合酸化物ブラック顔料の製造において、湿式沈澱法で合成する際に、水性媒体中でアルカリ剤によって中和及び混合析出し、この析出物を析出と同時に又は析出後に液相中で酸化処理することにより、青み～緑みの微粒子複合酸化物ブラック顔料が得られることを見出し本発明を完成した。

【0007】 即ち、本発明は、銅及びマンガンの酸化物からなるスピネル構造を有し、且つそのBET比表面積が $30\text{ m}^2/\text{g}$ 以上であることを特徴とする微粒子複合酸化物ブラック顔料、及び銅塩及びマンガン塩を含む2成分を水中に溶解して混合塩溶液とし、これを水性媒体中でアルカリ剤によって中和して混合析出せしめ、この析出物を析出と同時に又は析出後に液相中で酸化処理し、次いで得られた析出物を、濾過、水洗、乾燥及び焼成することを特徴とする微粒子複合酸化物ブラック顔料の製造方法である。

【0008】 本発明によれば、微粒子複合酸化物ブラック顔料を構成する金属の塩をアルカリ沈澱剤により、それら金属の水酸化物として混合析出させ、この析出物を析出と同時に又は析出後に液相中で酸化処理することにより、その後の比較的低温の焼成温度でも単一スピネル構造を有する黒度、着色力及び鮮映性に優れ、且つ絶縁性を示す青み～緑みの微粒子複合酸化物ブラック顔料が得られ、更に微粒子複合酸化物ブラック顔料にも関わらず、ソフトな粒子で粉碎が容易である。

【0009】 従って、本発明による微粒子複合酸化物ブラック顔料は、カラーフィルター等のブラックマトリクス用ブラック顔料、ジェットインキ用ブラック顔料、絶縁性の特殊塗料用ブラック顔料、トナー用ブラック顔料、ソーラーコレクター塗料用ブラック顔料、又はカ

が得られ、該顔料は従来の顔料として塗料用、建材用着色剤として使用される以外に、顔料を微粒子化することにより新たに現れる特性を利用し、例えば、カラーフィルター等のブラックマトリックス用ブラック顔料、ジェットインキ用ブラック顔料、絶縁性の特殊塗料用ブラッ

フロントページの続き

(72)発明者 西尾 章

東京都中央区日本橋馬喰町一丁目 7 番 6 号  
大日精化工業株式会社内

ク顔料、トナー用ブラック顔料、ソーラーコレクター塗料用ブラック顔料、又はカーボンブラックとの調色による青み付け及び絶縁性の付与等の他にも、自動車塗料、薄膜、印刷インキ、セラミックス等への応用が期待される。

(72)発明者 太田 隆敬

東京都中央区日本橋馬喰町一丁目 7 番 6 号  
大日精化工業株式会社内



Creation date: 02-05-2004  
Indexing Officer: ETADESSE1 - ELIZABETH TADESSE  
Team: OIPEBackFileIndexing  
Dossier: 10680768

Legal Date: 01-05-2004

No.	Doccode	Number of pages
1	IDS	1

Total number of pages: 1

Remarks:

Order of re-scan issued on .....